

Air dan air limbah – Bagian 10: Cara uji minyak dan lemak secara gravimetri



© BSN 2004

Hak cipta dilindungi undang-undang. Dilarang menyalin atau menggandakan sebagian atau seluruh isi dokumen ini dengan cara dan dalam bentuk apapun dan dilarang mendistribusikan dokumen ini baik secara elektronik maupun tercetak tanpa izin tertulis dari BSN

BSN
Gd. Mangala Wanabakti
Blok IV, Lt. 3,4,7,10.
Telp. +6221-5747043
Fax. +6221-5747045
Email: dokinfo@bsn.go.id
www.bsn.go.id

Diterbitkan di Jakarta

Daftar isi

Daftar isi	i
Prakata	ii
1 Ruang lingkup	1
2 Istilah dan definisi.....	1
3 Cara uji.....	1
3.1 Prinsip.....	1
3.2 Bahan	1
3.3 Peralatan	2
3.4 Persiapan dan pengawetan contoh uji.....	2
3.5 Sumber gangguan	2
3.6 Prosedur	3
3.7 Perhitungan	3
4 Jaminan mutu dan pengendalian mutu.....	3
4.1 Jaminan mutu	3
4.2 Pengendalian mutu.....	4
5 Rekomendasi.....	4
Lampiran A Gambar alat destilasi.....	5
Lampiran B Pelaporan	6
Bibliografi	7

Prakata

Dalam rangka menyeragamkan teknik pengujian kualitas air dan air limbah sebagaimana telah ditetapkan dalam Peraturan Pemerintah Nomor 82 Tahun 2001 tentang Pengelolaan Kualitas Air, Keputusan Menteri Negara Lingkungan Hidup Nomor 02 Tahun 1988 tentang Baku Mutu Air dan Nomor 37 Tahun 2003 tentang Metode Analisis Pengujian Kualitas air Permukaan dan Pengambilan Contoh Air Permukaan, maka dibuatlah Standar Nasional Indonesia (SNI) untuk pengujian parameter-parameter kualitas air dan air limbah sebagaimana yang tercantum didalam Keputusan Menteri tersebut.

Metode ini merupakan hasil kaji ulang dari SNI yang telah kadaluarsa dan menggunakan referensi dari metode standar internasional yaitu *Standard Methods for the Examination of Water and Waste Water*. Metode ini telah melalui uji coba di laboratorium pengujian dalam rangka validasi dan verifikasi metode serta dikonsensuskan oleh Subpanitia Teknis Kualitas Air dari Panitia Teknis 207S, *Manajemen Lingkungan* dengan para pihak terkait.

Standar ini telah disepakati dan disetujui dalam rapat konsensus dengan peserta rapat yang mewakili produsen, konsumen, ilmuwan, instansi teknis, pemerintah terkait dari pusat maupun daerah pada tanggal 30 Januari 2004 di Serpong, Tangerang – Banten.

SNI 06-6989.10-2004 ini berjudul *Air dan air limbah – Bagian 10: Cara uji minyak dan lemak secara gravimetri* yang merupakan revisi dari SNI 06-2502-1991 dengan judul *Metode pengujian kadar minyak lemak dalam air secara gravimetrik*.

Air dan air limbah – Bagian 10: Cara uji minyak dan lemak secara gravimetri

1 Ruang lingkup

Metoda ini untuk menentukan minyak dan lemak dalam contoh uji air dan air limbah secara gravimetri. Metoda ini termasuk penanganan emulsi tertentu, zat yang tidak menguap, zat lain yang terekstraksi oleh pelarut dari contoh uji yang diasamkan seperti senyawa belerang, pewarna organik tertentu dan klorofil.

Metoda ini tidak dapat digunakan untuk mengukur fraksi yang mempunyai titik didih lebih kecil dari 70°C bila menggunakan pelarut trichlorotrifluoroethane atau bila menggunakan pelarut campuran n-hexana dengan *methyl tert buthyl ether* (80 : 20) pada titik didih di bawah 85°C.

Metoda ini dapat digunakan untuk contoh uji yang mengandung minyak dan lemak lebih besar dari 10 mg/L.

2 Istilah dan definisi

2.1

minyak dan lemak

minyak mineral, minyak nabati, asam lemak, sabun, malam yang dapat terekstrak oleh pelarut campuran n-hexana dan *methyl tert buthyl ether* (MTBE) (80:20)

2.2

minyak mineral

minyak yang berasal dari tambang minyak termasuk *crude oil* dan fraksi-fraksi lainnya

2.3

destilasi

pemisahan fraksi dari fraksi lain di dalam suatu campuran larutan berdasarkan perbedaan titik didih

2.4

ekstraksi

pemisahan fraksi dari fraksi lain yang berada di dalam suatu campuran berdasarkan perbedaan kelarutan

3 Cara uji

3.1 Prinsip

Minyak dan lemak dalam contoh uji air diekstraksi dengan pelarut organik dalam corong pisah dan untuk menghilangkan air yang masih tersisa digunakan Na_2SO_4 anhidrat. Ekstrak minyak dan lemak dipisahkan dari pelarut organik secara destilasi. Residu yang tertinggal pada labu destilasi ditimbang sebagai minyak dan lemak.

3.2 Bahan

- a) Asam khlorida atau asam sulfat, (1 : 1); Campur volume yang sama antara asam dan air.
- b) Pelarut organik.
Pelarut organik sebaiknya tidak meninggalkan residu pada proses destilasi.
- c) n-heksan dengan titik didih 69°C.
- d) *Methyl tert buthyl ether* (MTBE) titik didih 55°C sampai dengan 56°C.
- e) Kristal natrium sulfat, Na₂SO₄ anhidrat.
- f) Campuran pelarut, 80% n-heksan: 20% MTBE v/v.
- g) Pelarut lain: *petroleum benzene* atau n-heksan atau *petroleum ether* atau *dichloro methane* (DMC).

3.3 Peralatan

- a) neraca analitik;
- b) corong pisah, 2000 mL;
- c) labu destilasi, 125 mL;
- d) corong gelas;
- e) kertas saring, diameter 11 cm;
- f) alat sentrifugal, yang mampu mencapai putaran sampai 2400 rpm;
- g) pompa vakum;
- h) *adapter* destilasi dengan *drip tip* (lihat Gambar A.1);
- i) penangas air yang dilengkapi pengatur suhu dan dapat diatur suhunya;
- j) wadah buangan pelarut;
- k) desikator; dan
- l) botol gelas mulut lebar.

CATATAN Semua peralatan gelas yang akan digunakan harus dicuci dengan detergen, lalu dibilas dengan air, dan terakhir bila perlu dibilas dengan pelarut organik yang akan digunakan.

3.4 Persiapan dan pengawetan contoh uji

3.4.1 Persiapan contoh

- a) Masukkan contoh uji sebanyak 500 mL sampai dengan 1000 mL yang mewakili ke dalam botol gelas mulut lebar yang telah bersih.
- b) Ambil contoh uji hanya untuk penentuan minyak-lemak dan wadah jangan diisi penuh.

3.4.2 Pengawetan contoh uji

- a) Awetkan contoh uji dengan mengasamkan contoh uji sampai pH 2 atau lebih kecil dengan 1 : 1 HCl atau 1:1 H₂SO₄.
- b) Contoh uji disimpan pada pendingin 4°C dengan waktu simpan 28 hari.

3.5 Sumber gangguan

- a) Setelah ekstraksi, emulsi yang tak dapat dipisahkan diatasi melalui sentrifugasi.

- b) Saat pelarut ekstraksi dari contoh uji ini dikeringkan dengan natrium sulfat, bila kapasitas pengeringan dari natrium sulfat terlampaui, maka hal tersebut dapat melarutkan natrium sulfat dan masuk ke dalam labu. Setelah pengeringan, kristal natrium sulfat akan terlihat dalam labu. Natrium sulfat yang ikut masuk dalam labu akan mengganggu dalam penentuan dengan metode gravimetri ini.
- c) Jika terlihat kristal dalam labu setelah pengeringan, larutkan lagi minyak-lemak dengan 30 mL pelarut organik dan keringkan pelarut melalui corong yang terdapat kertas saring yang telah dibasahi dengan pelarut ke dalam labu bersih. Cuci labu pertama sebanyak 2 kali, selanjutnya gabungkan semua pelarut dalam labu yang baru, tangani sebagai contoh uji yang diekstrak.

3.6 Prosedur

- a) Pindahkan contoh uji ke corong pisah. Tentukan volume contoh uji seluruhnya (tandai botol contoh uji pada meniskus air atau timbang berat contoh uji). Bilas botol contoh uji dengan 30 mL pelarut organik dan tambahkan pelarut pencuci ke dalam corong pisah.
- b) Kocok dengan kuat selama 2 menit. Biarkan lapisan memisah, keluarkan lapisan air.
- c) Keluarkan lapisan pelarut melalui corong yang telah dipasang kertas saring dan 10 g Na_2SO_4 anhidrat, yang keduanya telah dicuci dengan pelarut, ke dalam labu bersih yang telah ditimbang.
- d) Jika tidak dapat diperoleh lapisan pelarut yang jernih (tembus pandang), dan terdapat emulsi lebih dari 5 mL, lakukan sentrifugasi selama 5 menit pada putaran 2400 rpm. Pindahkan bahan yang disentrifugasi ke corong pisah dan keringkan lapisan pelarut melalui corong dengan kertas saring dan 10 g Na_2SO_4 , yang keduanya telah dicuci sebelumnya, ke dalam labu bersih yang telah ditimbang.
- e) Gabungkan lapisan air dan emulsi sisa atau padatan dalam corong pisah. Ekstraksi 2 kali lagi dengan pelarut 30 mL tiap kalinya, sebelumnya cuci dahulu wadah contoh uji dengan tiap bagian pelarut.
- f) Ulangi langkah pada butir e) jika terdapat emulsi dalam tahap ekstraksi berikutnya.
- g) Gabungkan ekstrak dalam labu destilasi yang telah ditimbang, termasuk cucian terakhir dari saringan dan Na_2SO_4 anhidrat dengan tambahan 10 mL sampai dengan 20 mL pelarut.
- h) Destilasi pelarut dalam penangas air pada suhu 85°C . Untuk memaksimalkan perolehan kembali pelarut lakukan destilasi (lihat Gambar A.1).
- i) Saat terlihat kondensasi pelarut berhenti, pindahkan labu dari penangas air. Dinginkan dalam desikator selama 30 menit pastikan labu kering dan timbang sampai diperoleh berat tetap.

3.7 Perhitungan

Jumlah minyak-lemak dalam contoh uji:

$$\text{Kadar minyak-lemak (mg /L)} = \frac{(A-B) \times 1000}{\text{mL contoh uji}}$$

dengan pengertian:

- A adalah berat labu + ekstrak, mg;
- B adalah berat labu kosong, mg.

4 Jaminan mutu dan pengendalian mutu

4.1 Jaminan mutu

- Gunakan bahan kimia pro analisa (pa).
- Gunakan alat gelas bebas kontaminasi.
- Gunakan alat ukur yang terkalibrasi
- Gunakan air suling bebas organik untuk pembuatan blanko dan larutan kerja.
- Dikerjakan oleh analis yang kompeten.
- Lakukan analisis dalam jangka waktu yang tidak melampaui waktu simpan maksimum.

4.2 Pengendalian mutu

- Lakukan analisis blanko untuk kontrol kontaminasi. Kandungan minyak dan lemak dalam larutan blanko harus lebih kecil dari batas deteksi.
- Persen temu balik (% Recovery)

$$\% \text{ Recovery} = \frac{(E - F) (100\%)}{G}$$

dengan pengertian:

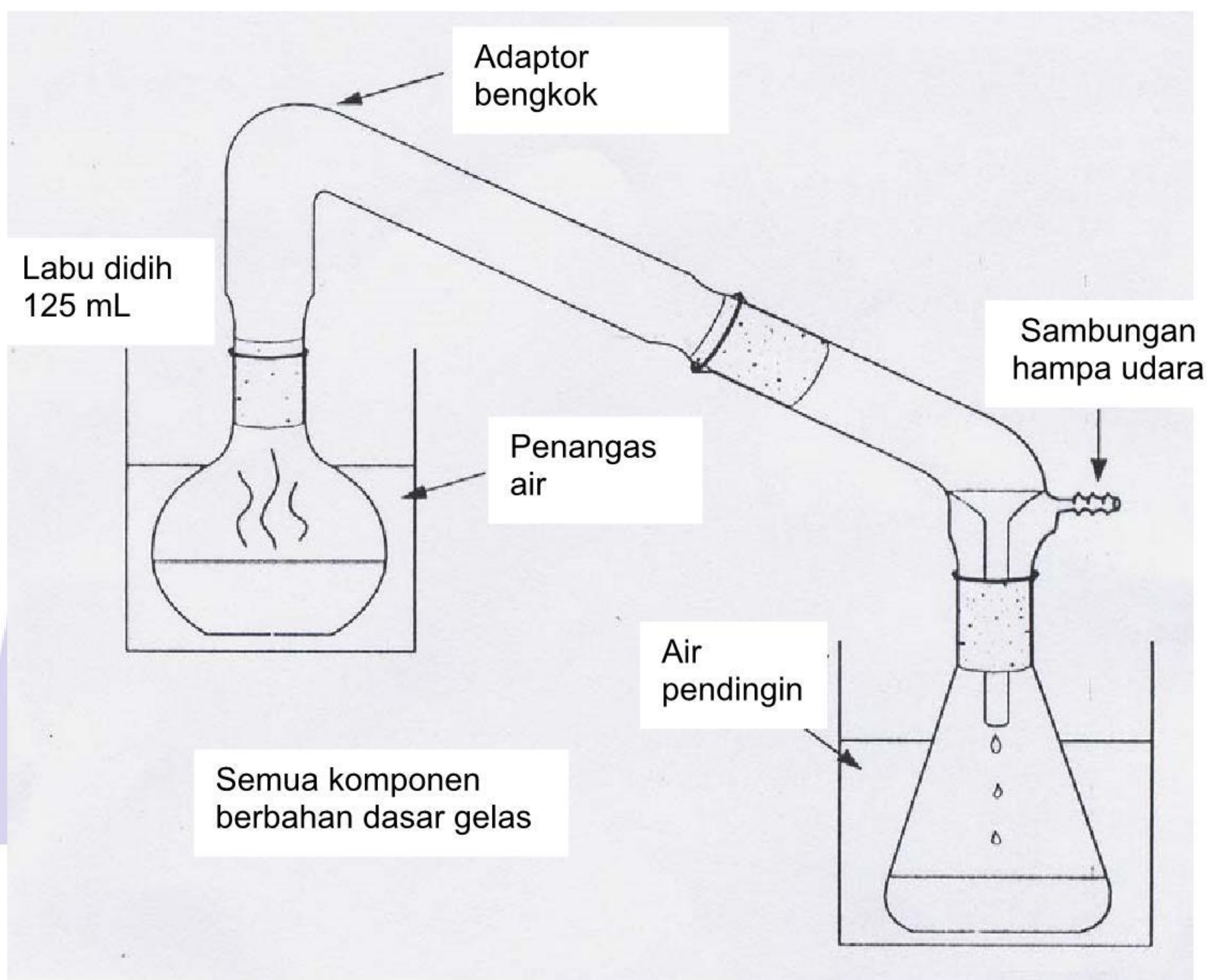
- E adalah kadar contoh uji yang di *spike*, mg/L;
 F adalah kadar contoh uji yang tidak di *spike*, mg/L;
 G adalah kadar standar yang ditambahkan (target value), mg/L;
 $G = (y) \times (z) / v$
 dengan Pengertian:
 y adalah volume larutan baku yang ditambahkan, mL;
 z adalah kadar larutan baku;
 v adalah volume akhir contoh uji yang di *spike*, mL.

5 Rekomendasi

Kontrol akurasi dapat dilakukan dengan salah satu dari berikut ini:

- Analisis *SRM* atau *CRM*.
- Lakukan analisis *standard reference material (SRM)* atau *CRM* untuk kontrol akurasi.
- Analisis *blind sample*.
- Kisaran persen temu balik adalah 83% sampai dengan 101% atau sesuai dengan kriteria dalam sertifikat *CRM*, untuk n-heksan dan MTBE (80 : 20).
- Buat kartu kendali (*control chart*) untuk akurasi analisis.
- Ambil contoh uji duplo untuk analisa duplo atau penambahan zat yang diketahui sebagai pemeriksaan jaminan kualitas. Kumpulkan contoh uji duplo berjajar paralel atau dalam satu wadah besar dengan pengaduk mekanik.

Lampiran A
(informatif)
Gambar alat destilasi



Gambar A.1 Alat destilasi

Lampiran B
(normatif)
Pelaporan

Catat pada buku kerja hal-hal sebagai berikut:

- 1) Parameter yang dianalisis.
- 2) Nama analis.
- 3) Tanggal analisis.
- 4) Rekaman hasil pengukuran duplo, triplo dan seterusnya.
- 5) Rekaman kurva kalibrasi atau kromatografi.
- 6) Nomor contoh uji.
- 7) Tanggal penerimaan contoh uji.
- 8) Batas deteksi.
- 9) Rekaman hasil perhitungan.
- 10) Hasil pengukuran persen *spike matrix* atau *CRM* atau *blind sample* (bila dilakukan).
- 11) Kadar minyak dan lemak dalam contoh uji.

Bibliografi

Lenore S.Clesceri et al. "*Standard Methods for the Examination of Water and Waste Water*", Metode 5520 B (*Partition Gravimetric Method*), 20th Edition, 1998.













BADAN STANDARDISASI NASIONAL - BSN
Gedung Manggala Wanabakti Blok IV Lt. 3-4
Jl. Jend. Gatot Subroto, Senayan Jakarta 10270
Telp: 021- 574 7043; Faks: 021- 5747045; e-mail : bsn@bsn.go.id